

**COMPLEMENTARY AMPLIFIER CIRCUIT**

Patent Number: JP5022048  
Publication date: 1993-01-29  
Inventor(s): HIRAI JUN  
Applicant(s):: ENU EFU KAIRO SETSUKEI BUROTSUKU:KK  
Requested Patent: ☐ JP5022048  
Application Number: JP19910198581 19910712  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H03F3/30 ; H03F1/02 ; H03F3/19  
EC Classification:  
Equivalents: JP3150721B2

z us 3876,616

**Abstract**

**PURPOSE:** To improve a transient characteristic and to prevent abnormal oscillation by connecting first-order and second-order coils, which have the same number of winding, constituting a transformer to the output side of a pair of positive and negative transistors.

**CONSTITUTION:** Constant voltage sources V1 and V2 are connected to the bases of transistors 1 and 2 in a drive step, signals are supplied from an AC source 5, between the emitters of a pair of the transistors 1 and 2 to which the signals are supplied from the AC source 5, first-order and second-order coils L1 and L2 having the same number of winding constituting the transformer are connected and between those coils, the parallel circuit of a constant voltage source V4 and a capacitor C is connected. The terminals of the first-order and second-order coils L1 and L2 are respectively connected to the bases of transistors 3 and 4, first-order and second-order coils L3 and L4 constituting the transformer are also connected between the emitters of the transistors 3 and 4 in an output step, output resistors R1 and R2 are serially inserted between those coils, and a load RL is connected to the connecting point of the resistors R1 and R2. Then, DC power supply voltages are supplied from constant voltage sources V5 and V6 to the transistors 3 and 4 in the output step.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

優先権主張
出願日 1973年 5月 29日
出願番号 364923
出願国 日
出願番号 日
出願日 日
出願番号 日
出願日 日
出願番号 日

(2,629,79)

特 許 願 (C) 改訂第1版

昭和49年 5月27日

特許庁長官 齊世 光 殿

1. 発明の名称  
ソセフン センノウ  
フルオロエラストマー組成物の製造法
2. 発明者  
住 所 アメリカ合衆国デラウェア州19810・ウィルミントン・  
グリーンストーンロード2211  
氏 名 ウォルター・クワイ・ユアン・タン (英名記載)
3. 特許出願人  
住 所 アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・  
マーケットストリート1007  
名 称 イー・アイ・デュボン・デ・ニモアス・アンド・カンパニー  
(氏名)  
代表者 エイ・エヌ・リーディ  
国 籍 アメリカ合衆国
4. 代理人 〒107  
住 所 東京都港区赤坂1丁目9番15号  
日本自転車会館  
氏 名 (6078) 弁護士 小田 島 平 吉  
電 話 585-2256 (ほか 1名)



持公B52-44579号

① 日本国特許庁

## 公開特許公報

- ①特開昭 50-22048  
④公開日 昭50.(1975) 3. 8  
②特願昭 49-58911  
②出願日 昭49.(1974) 5. 27  
審査請求 未請求 (全10頁)

庁内整理番号

⑤日本分類

7365 48  
6692 48  
6692 48  
2114 37  
6907 37

25(1)C122.2  
25(1)A111  
25(1)A27  
25(5)B1  
25(5)B33

## 1. 【発明の名称】

フルオロエラストマー組成物の製造法

## 2. 【発明の要旨】

(1) 含水率が約15～35重量%でフルオロエラストマーラテックスの重合生成物である、溶ったフルオロエラストマー凝状物を混合状態で連続的に製造し、

(2) 上記(1)中、連続的に製造したフルオロエラストマー以外の、フルオロエラストマー組成物の成分として含有量少なくとも1種の成分の添加物を連続的に製造し、

(3) 該添加物を溶ったフルオロエラストマー凝状物と連続的に混合しつつ、混合区域にて該材料を通しつつ凝状物の粒子性を維持し、そして

(4) 工程Cで得られた混合凝状物を乾燥区域を通して連続的に乾燥することを特徴とするフルオロエラストマー組成物の製造法。

## 3. 【発明の作用の説明】

本発明はフルオロエラストマー組成物の有用な製造法に関する。

フルオロエラストマーは特殊な区域、例えば高耐性のあるガスケット、シール、隔膜、及び管に有用であることは公知である。加工したフルオロエラストマー製品は約250～350℃の温度に耐え、且つその良好な弾性を保持することがで

きる。

多くの用途、例えば高温反応槽に対するガスケットのような用途に対して、フルオロエラストマー製品は弾性があり、圧縮固定が強いことが必要である。このことは製品を硬化させることにより、即ちエラストマーを加熱又は交叉結合させることにより、達成することができる。

硬化したフルオロエラストマーを製造するためのフルオロエラストマー組成物を製造し使用する工業でフルオロエラストマーを複数の添加剤と配合し、効率を改善し、作業者、使用装置及び組成物に対して高度の安全性を確保する新規方法が必要である。このことは例えば交叉結合剤及び加硫促進剤のように添加物・フルオロエラストマーと配合するのに応用される。乾燥粉末添加剤と乾

に供給し、

(b) 工程A中、該混合区域にフルオロエラストマー以外の、フルオロエラストマー組成物の成分として有用な少なくとも1種の微粉末固体材料を連続的に供給し、

(c) 該微粉末材料を覆ったフルオロエラストマー塊状物と連続的に混合しつつ、混合区域中に該材料を通して該塊状物の粒子性を維持し、

(d) 工程Cで得られた混合塊状材料を乾燥区域を通して連続的に乾燥することを特徴とするフルオロエラストマー組成物の製造法が提供される。

好適な具体化例は、また、

(e) 混合し乾燥した塊状材料に圧力をかけ、同時に分解温度以下の高温をかけて材料を熔融し密な塊となすことを含んでいる。

特開 第50-22048 (2)

フルオロエラストマーと混練して配合することを含む硬化用成分とフルオロエラストマーとを配合する方法は、工場の作業者に対する危害、工場装置への危害及び製品の品質に対する危害等というかなりの危険が含まれている。フルオロエラストマーを含み且つ1種又はそれ以上の硬化用成分を含み、且つ炭でカーボンブラック、金属硫化物又は不硫化物、及び/又は他の公知の添加剤と配合して硬化可能なフルオロエラストマー組成物をつくるための予備配合した組成物をつくるための安全性並びに効率的な方法が特に必要である。

本発明によれば、

(4) 含水率が約15～35重量%でフルオロエラストマーラテックスの凝固生成物である湿ったフルオロエラストマー塊状物を混合区域に連続的に

工程Aにおいて弗化ビニリデンと少なくとも1種の他の含弗炭素単量体との共重合体であるフルオロエラストマーを使用することか大部分の用途に対して好適である。「他の含弗炭素単量体」は通常各2重結合炭素上に少なくとも1個の弗素原子を置換したエチレン型不飽和単量体である。この重合体は下記のものを少なくとも1種含むことが好ましい。弗化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレン又はペンタフルオロプロピレンとの共重合体；弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン及びヘキサフルオロプロピレン又はペンタフルオロプロピレンの共重合体；及び弗化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン及びパーフルオロメチルパーフルオロビニルエーテルの共重合体。特に好適なものは単量体が約85:15～50:50のモル

比で組合わされた弗化ビニリデン／ヘキサフルオ  
ロプロピレン共重合体である。弗化ビニリデンと  
パーフルオロメチルパーフルオロビニルエーテル  
との有用な共重合体はアルビン (Albin) とガラ  
ガー (Gallagher) の米国特許第 3,136,745  
号に記載されている。また弗化ビニリデン、テト  
ラフルオロエチレン及び該エーテルの共重合体は  
同じ発明者の米国特許第 3,235,537 号に記載  
されている。弗化ビニリデンとペンタフルオロエ  
チレンとの有用な共重合体はシアネン (Sianesi)  
らの米国特許第 3,331,823 号に記載されてい  
る。これらの 2 種の成分とテトラフルオロエチレ  
ンとの共重合体はシアネンらの米国特許第  
3,335,106 号に記載されている。工程 A のフ  
ルオロエラストマーとして他の公知フルオロエラ

子の殆どすべてが平均粒径 1  $\mu$ m 以下であること  
が好ましい。特に好ましくは現状物粒子の約 95  
～100% の平均粒径は 5  $\mu$ m 以下である。

フルオロエラストマー現状物をつくる有用な方  
法はベイロー (Hailor) 及びクーバー (Cooper)  
の米国特許第 5,536,683 号、及びナーサシ  
ン (Nersesian) の米国特許第 3,598,794 号  
に記載されている。該現状物は好ましくは工程 A  
及び C において約 15～50℃ の温度に保たれる。  
大部分の応用において混合区域における公称滞留  
時間が約 5～15 分になるような一定速度におい  
て現状物を混合区域に供給することが好ましい。  
公称滞留時間は使用される混合器の容積を混合機  
への材料の容積流率で割った値として得られる。

この方法の最も良い具体化例のいくつかにおい

特開 昭50-22048 (3)

ストマーも用いることもできる。例えばテトラフ  
ルオロエチレンと炭素数 1～5 のパーフルオロア  
ルキルパーフルオロビニルエーテルとの共重合体、  
及びテトラフルオロエチレン、オレフィン及び弗  
化部位単量体の共重合体 (例えばロー (Ro) の米  
国特許第 3,579,474 号実施例 2 に記載) を用  
いることができる。

工程 A のフルオロエラストマー現状物はフルオ  
ロエラストマーラテックスを凝固させ、次いで得  
られた現状物を洗滌し、必要に応じて処理して所  
望の粒径と含水量を得る適当な公知方法によりつ  
くることができ。この現状物は好ましくは約  
25～30 重量% の含水量を有する。含水量は  
204℃ で乾燥炉中において 2 時間現状物を乾燥  
することにより決定することができる。現状物粒

では、工程 B で使用する微粉末材料はフルオロエ  
ラストマーに対する交叉結合剤又は加硫促進剤を  
含む粉末の形をしている。特に有用な具体化例に  
おいては、工程 B の材料はフルオロエラストマー  
に対する交叉結合剤と加硫促進剤との予混混合物  
から実質的になる粉末である。このような方法の  
最上の実施例においては、交叉結合剤としてビニ  
ルジエチル炭素化合物を、促進剤として第 IV ア  
ルミニウム化合物を用いる。

工程 B はまた微粉末固体材料を水性分散液の形  
で混合区域に供給することにより行なわれる。水  
性分散液は好ましくは約 10～50 重量% の微粉  
末材料を含んでいる。これは分散剤を用いて粉末  
材料を水中に分散させることにより公知方法でつ  
くることができる。

フルオロエラストマーに対する硬化系に用いるのに適したヒドロキシ芳香族化合物、及びその使用量は当該系においては公知である。種々のビスフェノール及びヒドロキノンを含む取も有用な化合物のいくつかは、パウマン (Bowman) の米国特許第 3,686,143 号 (第 2 巻 48 行 ~ 第 3 巻 51 行) に記載されている。またパテル (Patel) の米国特許第 3,655,727 号及び第 3,712,877 号に記載された硬化可能な芳香族ヒドロキシ化合物、並びにヒドロキシ芳香族化合物のエステルを用いることができる。

フルオロエラストマー硬化系に用いるのに適した第四フオスフォニウム化合物 (例えばベンジルトリフェニルフオスフォニウムクロライド) 及びその使用量はパティソン (Pattison) のフラン

スは 26  $\mu$  より小さいことが好適である。

工程 C の混合工程は工程 B の実質的にすべての添加物粒子が工程 A の固化物の粒子にくっつき、混合粒子の実質的に均一な混合物が得られるまで続けることが好ましい。最も有用な硬化成分のもの、例えば好適な第四フオスフォニウム化合物は、水溶性であり、且つ容易に溶解し、塗ったフルオロエラストマーの固化物粒子に附着する。通常工程 C において約 15 ~ 50 °C の混合区域中に材料を保持することが好ましい。温度は粒子が有害なほど軟かく又は粘着性をもつに到らないように (もしそうになると固化物の粒子は互いに面する)、またフルオロエラストマーと混合物中に存在する硬化成分又は他の添加物との間の有害な反応が起らないように十分に低く保つべきであ

特開 昭 50-22048 (4)

本特許第 71-20887 号及びパテルらの米国特許第 3,712,877 号に記載されている。

工程 B の微粉末材料をつくる場合、上記の硬化成分を他のフルオロエラストマー硬化成分、又はフルオロエラストマー組成物用の他の公知添加物、例えば前述の特許に記載のもので代々又は組合わせることができる。

通常現状物のフルオロエラストマー含量に照し一定の予め決定された速度で混合区域へと工程 B の微粉末材料を供給することが有用であり、この速度は最終生成物中の所望の添加物の量を与えるのに十分な量である。

大部分の用途において、工程 B の微粉末材料の実質的な全部の粒子は 110  $\mu$  以下であることが好ましい。特に該粒子の約 90 ~ 100 % の平均粒

る。即ち工程 C において未硬化の複合粒子が得られる。工程 C を行なう混合装置の好適な型は下記の実施例 1 に記載されている。公知のロディツジリトルフォード (Lodigs-Littleford) 混合機、及び同様なロディツジモートン (Lodigs-Morton) 混合機は非常に有用な混合機の例である。しかし現状材料の連続混合に有用な当該系に公知の他の型の混合機を用いることもできる。

本発明方法の工程 D においては、工程 C で得られた混合された粒状材料を乾燥区域に通すことにより連続的に乾燥する。好ましくはすべての、或いは殆ど全部の水を材料から除去する。混合機の出口からコンベア装置へと材料を通すことができ、コンベアによつて材料中に加熱空気を循環させる装置を取付けた乾燥トシネルを通して運ぶ。工程

Cの混合工程の場合と同様に、乾燥工程において未硬化の粒状粒子が得られるように温度を調節する。天々の乾燥した粒子は工程Aのフルオロエラストマー塊状物の粒子に若干の工程Bの添加物粒子が接合したものである。好適方法でこの工程を行なう場合、約99~100%の工程Bの材料はフルオロエラストマー塊状物の粒子に接合している。乾燥後に出た材料はこれを120℃において4時間乾燥することにより試験した場合、約0~0.5%の揮発性材料を含んでいる。

本発明方法の好適具体化例においては、乾燥工程Dと高温プレス工程Eとの間で乾燥配合操作を用いる。これは混合し乾燥した工程Dからの粒状材料の一定量を配合する工程である。この場合も未硬化の粒状材料が得られるように温度を十分に

ことが望ましい場合には、工程Eにおいて用いる温度と時間の条件を十分に低くし、不当に硬化反応が起ることを防がなければならない。

工程Bの微粉末固体材料が実質的に1種又はそれ以上の成分から成る場合、工程D又はEで得られる生成物は有用の副産品であり、凍出して工場の搬送し、或て予め配合された生成物を他の添加物と混合する。得られた完全に配合された硬化可能なフルオロエラストマー組成物は成形した硬化フルオロエラストマー生成物の製造に有用である。本発明方法の他の具体化例においては、工程Bの微粉末固体材料は完全に配合された硬化可能なフルオロエラストマー組成物をつくるのに必要なすべての添加物を含んでいる。

本発明の方法を用いることにより、硬化用の成

特開 昭50-22048 (5)

低く保つ。乾燥配合操作はある与えられた生産回数又は期間中につくられる粒状材料が高圧の均一性をもつ助けとなる。即ち材料ロットの均一性が得られる。

工程Dの高温プレス操作を行なう非常に有用な方法は混合し乾燥した粒状材料を連続的に押出区域に送し(例えば実施例1に示す通常の公知の押出機を用い)、この中において熱と圧力との条件を互いに融せしめた緊密な塊状物にするのに十分な条件にする方法である。工程Eはまた高圧合体材料を高温プレスするのに適した他の公知方法、例えば加熱材料をプレスして塊づめ(重さ約7.5~19kg)にするプレスを用いることによつて行なうことができる。粒状材料が1種又はそれ以上の成分を含み、工程Dにおいて未硬化の材料を得る

分及び/又は微粉末固体材料から成る他の添加物を含むフルオロエラストマー組成物を安全且つ効率的に製造することができる。

工程Bの微粉末固体材料は工程Aの湿つたフルオロエラストマー塊状物に容易に付着するようになるから、この方法によれば工場の中で作業員に健康上の危険を与え工場の機械に有害になる塵を含んだ空気を除去することが容易になる。乾燥配合法を用いる従来法と比較すると、本発明方法によればまた均一な品質をもつた製品の製造が容易になる。何故ならば微粉末の添加物はフルオロエラストマーの塊状物と容易に均一に配合されてそれに付着し、付着した添加物は粒状混合物からの分離に対して抵抗性をもっているからである。下記の実施例1(工程6)に例示するように、粒状

混合物に迅速に動く空気流に当たった場合でも、添加物は全く、実質的に全部フルオロエラストマー凝状物から分離しない。

下記実施例により本発明を例示するが、特記しない限りすべての割合は重量による。

#### 実施例 1.

弗化ビニリデン共重合体エラストマーと硬化用成分との割合を配合物から成り、個々の処方に従って予備配合した生成物に乾燥剤及び他の選ばれた添加物を加えたいと思う硬化成形フルオロエラストマー生成物の製造業者の使用に適したフルオロエラストマー組成物を下記の工程によりつくつた。

- (1) 含水率が25%で平均粒径が5μより小さい(大部分が約1~2μ)の粒子から成る一定量の

クロセル(Microcel)J B] 0.5部から成る均一な配合混合物からつくられた乾燥粉末である乾燥粉末添加剤材料を一定量(例えば約90.8kg)をつくる。交叉結合剤はビスフェールAFとして知られているヒドロキシ芳香族化合物又はヘキサフルオロイソプロピリデンビス(4-ヒドロキシベンゼン)である。促進剤はベンジルトリフェニルフォスフォニウムクロライドである。該配合混合物は水平シリンダー型の通常のリボン配合物中において成分を混合した生成物である。該混合物の粒子の実質的全体は平均粒径が110μより小さく、少なくとも90%の平均粒径が26μより小さい。下記工程(4)のホッパーはこの乾燥粉末混合物で充填する。

- (3) 凝状物の乾燥フルオロエラストマー含量に因

#### 特開 昭50-22048 (6)

低つたフルオロエラストマー凝状物の一定量をつくる(例えば乾燥基礎で約3.632kg)。このフルオロエラストマーは弗化ビニリデン/ヘキサフルオロプロピレン60:40共重合体であり、ムーニー粘度ML-10は100℃において62である。この共重合体はムーニー(Mooney)のドイツ公開特許公報第2161861号実施例1記載の方法でつくる。この凝状物はフルオロエラストマーのラテックスを凝固させ、この凝状物を洗滌し、乾燥操作を省いたこと以外、ペイラー及びクーバーの米国特許第3,536,683号の実施例1記載の方法により処理して得た生成物である。下記工程(3)のホッパーにこの凝状物を充填する。

- (2) 交叉結合剤4部、フルオロエラストマー用の(乾燥促進剤1部、及びケイ酸カルシウム[「マイ

シ136kg/時の一定の割合で工程(1)で得られた低つたフルオロエラストマー凝状物をホッパーから混合機へ供給する。ホッパーは真直な垂直の側面を有している。温度30℃に保つた凝状物をホッパーの底から通常のスクリーン・オーガ型の攪拌供給機を通し、これによつて凝状物を篩から秤量ベルトへと供給する。秤量ベルトにより凝状物は混合機へと送られる。この混合機は工程(5)に記載されている。

- (4) 工程(3)において工程(2)で得られた交叉結合剤と促進剤と乾燥粉末混合物を、真直な垂直の側面を有するホッパーから工程(3)で述べた混合機へと3.4kg/時の一定速度で連続的に供給する。これは混合機へと供給されるフルオロエラストマー各4.54kg(乾燥基準)に対して交叉結合剤0.92

及び促進剤 0.23 kg に等しい。この乾燥粉末を 25℃においてホッパーの底部から通常のスクリーン型の重質損失供給機を通し、これによつて粉末をすく通して混合機へと供給する。乾燥粉末の水分含量は混合機へ入る前に、ホッパー及び供給管を通して乾燥熱風ガスを通すことにより 0 近くになる。

(5) 工程(4)で供給される乾燥粉末を工程(3)で供給される湿つた塊状物と連続的に混合し、同時にこれらの材料を混合機を通して塊状物を粒状状態にする。混合機中の材料を混合機のジャケット中の循環強制対流流体により 30℃にする。材料が混合機中を流れる時、乾燥粉末添加物は湿つたフルオロエフストマー塊状物粒子に付着し、複合粒子の硬い物一な混合物をつくる。混合機中の公称溜

・アリング (Chemical and Process

Engineering)」 1971年7月号、53～55頁に記載されており、(a)ロディツジ・モートン高容量混合機は水平スクリーン混合機の変形であり、(b)この混合機は水平の混合ドラム中で回転するすき型の混合要素を有し、強力な三次元の混合運動が得られ、(c)混合された粒子は交叉した軌跡をもち、ドラムの壁で反射され、この過程が繰返されると再びすき型要素で捕えられ、(d)この混合機は高速度のカッター (チョッパー) を有し、これはすき型の併設の間に取付けられ、独立に動作して混合物を攪拌することが記載されている。

(6) 工程(5)で得られた混合粒状材料を乾燥区域に通して連続的に乾燥する。湿つた混合材料は混合機の出口端においてたのめの上を通し、スクリー

特開 昭50-22048 (7)

溜時間は10分である。この混合機は米国オハイオ州、シンシナチ (Cincinnati) のリトルフォード・ブラザーズ・インコーポレーテッド (Littleford Brothers Incorporated) 製のロディツジ・リトルフォード (KM-300型) 混合機であり、同社出版物第212に記載されている。この混合機は高容量混合機であり、粒状成分を比較的高速で効果良く連続的に混合することができる。このものは全容量が約283.2ℓで、動作容量は141.6ℓである。混合機の主撹拌機は150rpmで回転するシャフト上に取付けられたすき型の部分であり、3500rpmで回転する混合機の長手方向に沿つて等間隔で配置された2個のチョッパーを有している。この型の混合機はまた英国の雑誌である「ケミカル・アンド・プロセス・エンジニアリング」

・コンベア及び駆動ベルト供給機を経て、ベルト上に送られ、これにより材料を入口端で60℃、出口端で75℃に温度が保たれた乾燥トンネル中へ送る。送風機を用い乾燥トンネル中に高温の空気を迅速に循環させる。空気は1.83m/秒の速度で材料及びベルト中に送られる。迅速に動く空気層を用いたにも拘らず添加物は全部又は殆ど全部乾燥操作中に塊状物から分離しなかつた。このことは極めて驚くべきことである。乾燥トンネルを出る材料はこれを120℃で4時間乾燥することにより測定した揮発物 (大部分は水) 含量は0.5%であつた。

(7) 工程(6)で得られた乾燥粒状材料3632kgを低速水平シリンダー型のパドル混合機中に集め、同時にこの材料を35℃に保ち、混合機を操作し



つつ混合機に充填材料を8時間配合する。

(8) 工程(7)で得られた配合状態材料を連続的に押出区域に送り、これに成形材料が互いに融合して硬化したフルオロエラストマー組成物の緊密な塊になるのに十分な温度と圧力とをかける。工程(8)において材料は工程(7)の混合機の底部の弁を通つて工程(3)に配賦した型のホッパーへ送られる。材料はホッパーから工程(3)の型の供給機及び押出ベルトにより186.5kg/時の一定速度で押出機へと供給される。押出機の温度は材料が140℃の温度で押出されるように調節される。使用した押出機はNRM社の一款型のゴム押出機で、タイヤの成形材料の押出しのためにゴム工業でつくられたものである。これは直径11.43cmのスクリー、長さ114.3cmのスクリー、及び出口端の

いて、ロールの温度が約25℃の2ロール連続機を用い充填材及び他の添加物を予め配合された硬化剤を含む工程(9)で得たフルオロエラストマー材料と混合する。得られた十分に配合された材料は下記の組成を有している。フルオロエラストマー100部、マグネシア4部、水酸化カルシウム2部、MTカーボンブラック30部、促進剤0.5部及び交叉結合剤2部。この組成物はOリングの成形に、また高温の使用条件下で圧縮固定に對し改めた耐性を必要とする他の生成物の成形に極めて有用である。

#### 実施例 2.

上記実施例の變形として、工程(6)で得られた乾燥した予備配合材料を容器に入れ、工場に搬出し、フルオロエラストマーのOリングを製造する。

特開 第50-22048 (8)

方へと徐々に狭くなり材料を徐々に圧縮するスクリー通路を有している。スクリーの速度は45rpmである。押出機はブレーキ板によつて裏付けられた40メッシュのスクリーン・バックを有している。このものは6個の溝孔を含むダイス盤の板を有し、各溝孔は5個の丸い互いに連通した孔を有している。材料が押出機を出る時、光電型でコントロールされたカッターで材料を5×10cmの片に切断する。

(9) 30℃に冷却するまで冷却区域を通して押出されたフルオロエラストマー組成物を連続的に通して工程を完了する。

冷却されたフルオロエラストマー生成物を容器に入れ、工場に搬出し、茲で硬化された成形フルオロエラストマー生成物を製造する。この点にお

この工場においてパンパリー (Dandury) 混合機中において予備配合した材料を他の添加剤と混合し、前記の如き組成と用途をもつた十分に配合した材料を得た。

なお本発明の主な実施態様を示せば次のとおりである。

1. (A) 含水率が約15～35重量%でフルオロエラストマーラテックスの凝固生成物である攪つたフルオロエラストマー塊状物を混合区域に連続的に供給し、
- (B) 工程A中、該混合区域にフルオロエラストマー以外の、フルオロエラストマー組成物の成分として有用な少なくとも1種の微粉末固体材料を連続的に供給し、
- (C) 該微粉末材料を攪つたフルオロエラスト

特開 昭50-22048 (9)

- マ-塊状物と連続的に混合しつつ、混合区域中に該材料を適しつつ該塊状物の粒子性を維持し、そして
- (4) 工程Cで得られた混合粒状材料を乾燥区域を通して連続的に乾燥することを特徴とするフルオロエラストマー組成物の製造法。
2. 工程(4)で使用する塊状物のフルオロエラストマーは弗化ビニリデンと少くとも1種の他の含弗単量体との共重合体であり、該塊状物は含水率が約25~30%であり、次の工程(5)において混合し乾燥した粒状材料に圧力をかけ、同時に分解温度より低い高温において融合した緊密な塊にする上記1記載の方法。
  3. 実質的に全部の塊状物粒子の平均直径は11μより小さい上記2記載の方法。
  9. 該交叉結合剤はヒドロキシ芳香族化合物であり、該促進剤は第四フオスフォニウム化合物である上記8記載の方法。
  10. 工程(5)に用いられる微粉末材料を、塊状物の乾燥フルオロエラストマー含蒸気に対し一定の下の定められた速度で混合区域に供給し、混合区域中の材料を工程(4)において約15~50℃の温度に保つ上記5記載の方法。
  11. 実質的に全部の該微粉末材料の平均粒径は110μより小さい上記10記載の方法。
  12. 該粒子の約90~100%の平均粒径が26μより小さい上記11記載の方法。
  13. 工程(5)の混合は実質的にすべての工程(5)の粒子が工程(4)の粒子に付着し、複合粒子の実質的に均一な混合物が得られるまで続ける上記
  4. 塊状粒子の約95~100%の平均粒径は5μより小さく、塊状物を工程(4)中において約15~50℃の温度に保つ上記3記載の方法。
  5. 混合区域中に於ける公称滞留時間が約5~15分になるような一定速度で塊状物を混合区域に供給する上記4記載の方法。
  6. 工程(5)中に用いる微粉末材料が該重合体に対する交叉結合剤を含む粉末の形である上記2記載の方法。
  7. 工程(5)に用いられる微粉末材料は該共重合体に対する加硫促進剤を含む粉末の形をしている上記2記載の方法。
  8. 工程(5)に用いられる微粉末材料は実質的に該共重合体に対する交叉結合剤と加硫促進剤との混合物から成る粉末である上記2記載の方法。
  - 11記載の方法。
  14. 工程(5)で得られる混合及び乾燥した粒子材料の予め定められた量を配合し、工程(4)の前に均一化させる上記11記載の方法。
  15. 工程(5)は混合し乾燥した粒状材料を押出区域に通し、この中においてこの材料を融合して緊密な塊を生じるに十分な熱と圧力をかける上記11記載の方法。

特許出願人 イー・アイ・デュボシ・デ・ニモアス  
・アンド・カンパニー

代理人 半田士 小田島平吉 外1名

## 5. 添付書類の目録

特開 5550-22048 (10)

1. 明 細 書	1 通
<del>2. 図 面</del>	<del>1 通</del>
2. 委任状及びその訳文	各 1 通
<del>3. 解任状及びその訳文</del>	<del>各 1 通</del>
3. 国籍及び法人証明書並びにこれらの訳文	各 1 通
4. 優先権証明書及びその訳文	各 1 通

## 6. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

2行印刷

## (1) 発 明 者

住 所  
氏 名  
住 所  
氏 名  
住 所  
氏 名  
住 所  
氏 名

## (2) 特 許 出 願 人

住 所  
名 称  
(氏名)  
代 表 者  
国 籍

## (3) 代 理 人

住 所 東京都港区赤坂1丁目9番15号

日 本 自 転 車 会 館

氏 名 (6314) 弁護士 柴 浦 秀 夫